

Caractérisations mécaniques des dépôts de cuivre réalisés par projection thermique

H. GASSOT, T. JUNQUERA, A. LEGOFF, J.C. LESCORNET (1)
V. JI(2), L. GRANDSIRE(3), M. JEANDIN, V. GUIPONT(4)

(1) Institut de Physique Nucléaire d'Orsay

(2) LM3, École Nationale des Arts et des Métiers, Paris

(3) Laboratoire d'Accélérateur Linéaire

(4) C2P, École Nationale Supérieure des Mines de Paris

Nov. 2000

Table des matières

Introduction.	2
I Dépôts de cuivre réalisés par projection thermique	4
I.1 Structure d'un revêtement réalisé par projection thermique	4
I.2 Comportement d'un matériau de projection thermique	7
II Propriétés élastiques des revêtements de cuivre	8
II.1 Détermination des propriétés mécaniques par diffraction des rayons X	8
II.1.1 Principe	8
II.1.2 Mise en œuvre des mesures	11
II.1.3 Préparation de l'échantillon	12
II.1.4 Résultats de mesures par diffraction des rayons X	13
II.2 Module d'Young mesuré par flexion à trois points	15
II.3 Porosité et module d'Young	17
III Résistance en traction des dépôts de cuivre	19
III.1 Dispositif de mesure	19
III.2 Observations	20
III.3 Résultats de mesures	21
IV Adhérence niobium - cuivre	23
IV.1 Élaboration de l'essai de traction	23
IV.2 Collage des pions	24
IV.3 Essai de traction	24
IV.4 Résultats d'expérience	24
Conclusion.	26

Introduction.

L'enjeu de la rigidification des cavités supraconductrices est devenu très important dans les projets d'accélérateurs. Par exemple, pour le projet international TESLA (*TeV Energy Superconducting Linear Accelerator*), les cavités supraconductrices doivent atteindre un champ accélérateur très élevé de $E_{max} = 34\text{MV/m}$. Or l'hyper-fréquence est très sensible aux déformations mécaniques pour des champs accélérateurs aussi élevé, c'est pourquoi le système de rigidification des cavités supraconductrices a un rôle important pour assurer la stabilité mécanique. Au-delà de l'enjeu technologique, l'optimisation du système de rigidification a un enjeu économique : le sur-coût du système de rigidification doit être aussi faible que possible compte tenu du grand nombre de cavités à fabriquer. Actuellement, la méthode de rigidification utilisée pour le prototype T.T.F. (*Tesla Test Facility*) consiste à souder des anneaux en niobium entre les cellules des cavités, l'éventuel inconvénient de cette méthode est que, ces anneaux donnent une rigidité suffisante jusqu'à $E_{max} = 28\text{MV/m}$, mais insuffisante à $E_{max} = 34\text{MV/m}$. Une nouvelle méthode de rigidification des cavités supraconductrices est proposée, consistant à déposer du cuivre par projection thermique sur une cavité en niobium, les simulations en montrent les possibilités prometteuses en supposant que le cuivre projeté garde les mêmes propriétés que le cuivre massif, [1].

Déposer un revêtement par projection thermique sur un autre matériau est une technique nouvelle qui s'est beaucoup développée récemment. Bien que cette technique soit aujourd'hui industrialisée et soit très connue dans de nombreux domaines, l'utilisation de cette technique pour rigidifier les cavités supraconductrices des accélérateurs nécessite un investissement en études de faisabilité. Autant les perspectives offertes par cette nouvelle méthode de rigidification des cavités sont intéressantes, [2], [3], autant les caractéristiques du revêtement réalisé sur une cavité en niobium sont à étudier car elles sont absentes de la littérature.

Il est d'abord nécessaire de définir les propriétés du revêtement que l'on souhaite obtenir à partir des objectifs de rigidification. L'objectif principal de rigidification est de réduire la déformation de la cavité sous les forces de Lorentz et, par conséquent, de réduire la variation de fréquence en mode pulsé. Les calculs montrent que ces déformations sont de l'ordre de quelques dixièmes de micron, le matériau travaille donc dans le domaine élastique, la principale grandeur mécanique mise en jeu est le **module de Young** qui caractérise la rigidité de la structure. Il faut aussi mesurer l'**adhérence** du dépôt de cuivre sur du niobium. Puis, pour assurer le bon fonctionnement des cavités, il faut évaluer la **contrainte maximale** et l'**allongement à la rupture** du revêtement pour assurer la possibilité d'accorder la fréquence de la cavité. Enfin, pour assurer la tenue à froid d'une cavité en niobium cuivrée, il faut mesurer la **contrainte thermique** et la **contrainte résiduelle**.

Les propriétés d'un revêtement obtenu par projection thermique dépendent beaucoup des processus et des paramètres de projection, les expériences de caractérisation systématique restent le moyen le plus significatif pour évaluer les propriétés d'un revêtement réalisé. C'est dans ce

contexte que plusieurs expériences de caractérisation des matériaux ont été mise en œuvre.

À l'échelle macroscopique, le revêtement réalisé par projection thermique a une structure très particulière sous forme de couches empilées. Cette structure représente en général une anisotropie liée à des caractéristiques mécaniques différentes suivant ses orientations cristallographiques. La seule méthode expérimentale permettant de déterminer les caractéristiques mécaniques suivant les orientations cristallographiques est la mesure radio-cristallographique. Cette méthode consiste à irradier le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique sous un certain angle, on impose une contrainte connue à un échantillon du matériau étudié et on mesure les variations de la distance entre les plans cristallins du matériau par l'intermédiaire de la loi de Bragg. Les propriétés de plusieurs revêtements de cuivre ont été étudiées à l'aide de cette méthode dans le cadre d'une collaboration entre l'IPN et l'École Nationale des Arts et de Métiers. D'autres méthodes classiques de caractérisation telles que la traction uni-axiale et la flexion à trois points ont été également utilisées pour comparaison. Le dispositif de flexion à trois points a été mis en œuvre à l'IPN Orsay, il permet essentiellement d'évaluer le module de Young d'un matériau homogène et isotrope. Les expériences de traction uni-axiale ont été élaborées en collaboration avec le LAL. D'autre part, une expérience de mesure de contrainte thermique dans l'hélium liquide a été développée par l'IPN en collaboration avec le LAL, [4].

Dans ce rapport, après une description de structure d'un dépôt réalisé par projection thermique, on présente les nouvelles expériences de caractérisation de dépôt, puis les résultats obtenus pour différents types de revêtement de cuivre par projection thermique.

I. Dépôts de cuivre réalisés par projection thermique

La projection plasma consiste à projeter un produit solide en fines particules, fondues et ramollies au sein d'une source de chaleur, puis animées de l'énergie cinétique d'un jet de plasma, sur un substrat préalablement préparé. Dans notre étude, quatre types de projection ont été testés pour projeter du cuivre sur du niobium, d'abord, le processus le plus connu APS (Atmosphere Plasma Spray) qui utilise comme source de chaleur les torches à plasma. Une torche à plasma est constituée d'une anode et d'une cathode qui génèrent un arc électrique de forte puissance. Le jet de plasma est généré par le passage d'un gaz plasmagène à travers l'arc électrique. Au sein des plasmas règnent des températures très élevées, qui dépassent 10000K dans le jet et peuvent atteindre 14000K en sortie de tuyère, [5]. Le mélange plasmagène classique est Ar-H₂. Ensuite, on a optimisé le processus de projection selon un objectif précis : éviter l'oxydation de cuivre. On a alors réalisé la projection dans un environnement de gaz neutre tel que l'argon – ce processus est connu sous le nom de IPS (Inert Plasma Spraying) – ou encore sous vide, utilisant le processus appelé VPS (Vacuum Plasma Spraying). Un autre processus utilisé est le HVOF (High Velocity Oxygen Fuel), il utilise comme source de chaleur les chalumeaux à flamme à haute vitesse. La température de combustion des gaz est moins élevée que dans une torche à plasma, elle est de l'ordre de 3000K, par contre, la vitesse du jet de gaz est supersonique avec des pointes pouvant atteindre 1500m/s.

I.1 Structure d'un revêtement réalisé par projection thermique

La grande difficulté pour étudier la structure d'un dépôt réalisé par projection plasma vient de sa formation.

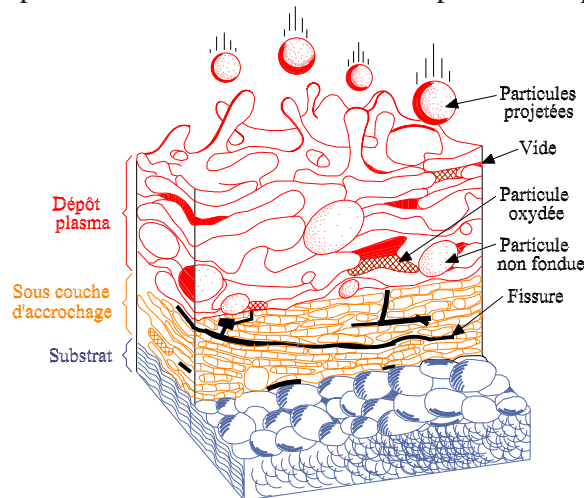


FIG. I.1 – Observation macroscopique de la structure d'un dépôt plasma

Les gouttelettes, à partir desquelles les dépôts sont formés sont aplaties et solidifiées dans un temps extrêmement court. Cependant, on peut décrire, à l'échelle microscopique, la structure typique d'un tel matériau comme des couches empilées, appelées " *splats* ", incluant des pores et des particules non fondues (la figure I.1 illustre une telle structure). À l'échelle macroscopique, ce genre de structure est caractérisé par le degré d'aplatissement des gouttelette, la porosité ou encore la façon dont ces couches sont liées entre elles...

Au microscope, on peut observer plus finement la structure d'un dépôt. Les figures I.2 et I.3 montrent la structure de deux types de dépôts de cuivre, APS et HVOF, ayant une structure typique d'empilement des *splats* avec des infondus de cuivre et des pores. Plus particulièrement, ces dépôts de cuivres contiennent des traces d'oxydes, révélant que le cuivre s'oxyde très facilement au vol lors de la projection si l'environnement n'est pas contrôlé, ce furent le cas des projections APS ou HVOF.

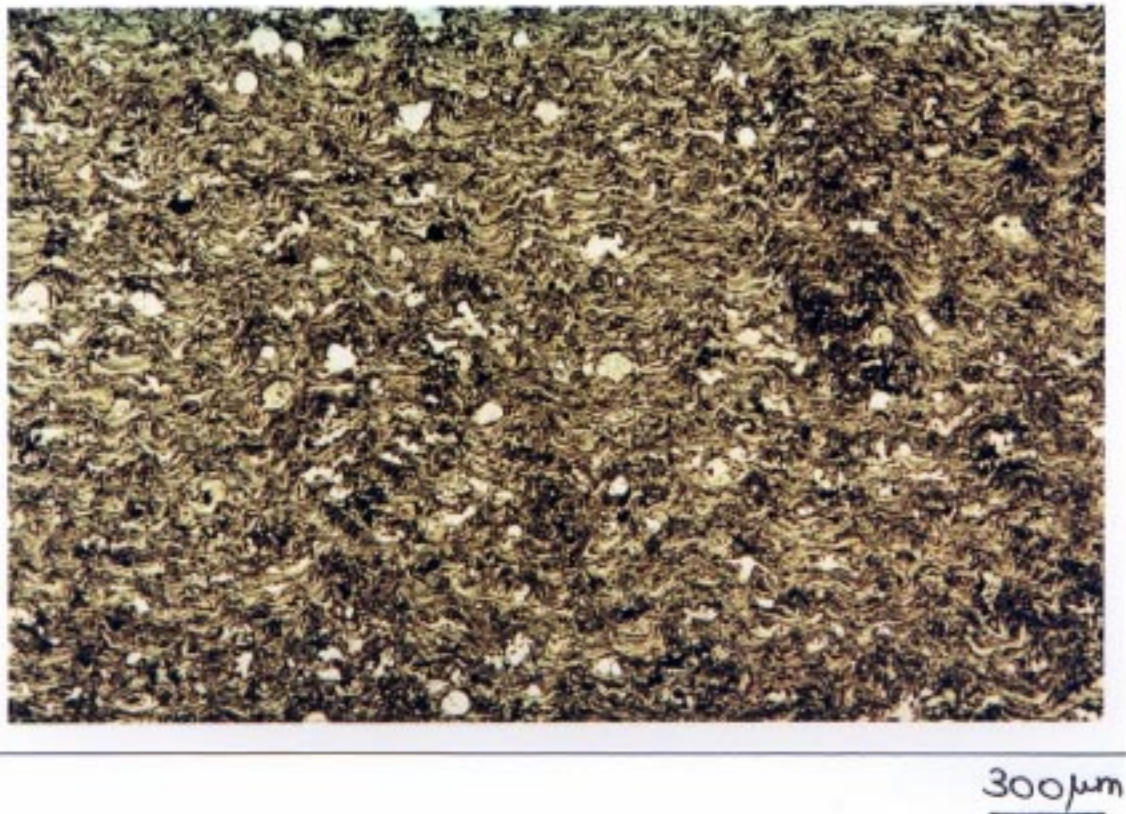


FIG. I.2 – Observation microscopique d'un dépôt de cuivre APS

Certains dépôts réalisés dans un environnement contrôlé, par exemple, par le processus VPS (Vacuum Plasma Spraying) (figure I.4), ou par le processus IPS (Inert Plasma Spraying) (figure I.5), ont une structure recristallisée, les figures I.4 et I.5 sont obtenues par l'observation au mi-



33 μm

FIG. I.3 – Observation microscopique d'un dépôt de cuivre HVOF

croscopie optique avec attaque chimique (kalling 15 s), l'attaque chimique a révélé les joints de grains qui caractérisent une structure cristalline. Ces dépôts sont très peu oxydés.



300 μm

FIG. I.4 – Observation microscopique d'un dépôt de cuivre VPS



FIG. I.5 – Observation microscopique d'un dépôt de cuivre IPS

I.2 Comportement d'un matériau de projection thermique

Les propriétés physiques du dépôt dépendent du processus de projection thermique, mais d'une manière générale, la porosité – souvent accompagnée de micro-fissurations – des revêtements conduit à des propriétés mécaniques réduites par rapport à celles des matériaux monolithiques (module d'Young, coefficient de Poisson). Les oxydations des dépôts – surtout lorsque les dépôts sont réalisés à l'air – conduisent à des résistances thermiques plus élevées.

Dans une première approximation, la loi de Spriggs [7] établit une relation qui relie le taux de porosité p et le module de Young E_0 de matériaux massifs de même nature :

$$E = E_0 \exp(-bp) \quad (\text{I.1})$$

où b est une constante. On voit une rapide décroissance du module d'Young lorsque la porosité augmente.

II. Propriétés élastiques des revêtements de cuivre

La nouvelle méthode de rigidification des cavités supraconductrices est basée sur le principe de renforcer ces cavités par un revêtement de cuivre. Les propriétés élastiques des revêtements de cuivre jouent un rôle essentiel sur l'efficacité de rigidification. La structure d'un dépôt plasma est, en général, inhomogène et anisotrope. Lors de la projection, la torche plasma se déplace d'abord dans un plan parallèle à la surface du substrat : le dépôt est empilé plan par plan et il existe un sens privilégié dans l'épaisseur du dépôt. Les échantillons d'un dépôt plasma sont le plus souvent usinés dans le plan du dépôt, on ne mesure que les propriétés dans le sens transversal au sens d'empilement. Parmi les méthodes de caractérisation les plus courantes citées dans la littérature, la méthode de mesure de module d'Young par infrarouge semble ne pas être adaptée à notre application, elle nécessite des échantillons de très forte épaisseur qui sont difficiles à réaliser dans le cas de projections thermiques. L'essai de traction ou la flexion supposent que le matériau est homogène et isotrope, il donne une estimation globale du comportement de l'échantillon, dans le sens transversal, sans tenir compte de modifications de l'état de contrainte initial, liées aux usinages ou autres. La seule méthode expérimentale permettant de tenir en compte des effets d'anisotropie est l'analyse des contraintes par mesure radio-cristallographique.

II.1 Détermination des propriétés mécaniques par diffraction des rayons X

II.1.1 Principe

Lorsqu'un matériau est irradié par un faisceau de rayons X monochromatique, chaque plan cristallin (hkl) donne un faisceau diffracté. La diffraction suit la loi de Bragg qui relie la distance inter-réticulaire d'une famille de plans cristallographiques (d_{hkl}) et l'angle de diffraction θ_{hkl} à la longueur d'onde du rayon λ incident :

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad (\text{II.1})$$

Lorsque le matériau est sollicité par une contrainte imposée dans une direction ϕ , fig. II.1, la déformation élastique du cristal étudié va se traduire par une variation de distance inter-réticulaire. Les variations de la distance inter-réticulaire d_{hkl} (ou déformation $\epsilon_{\phi\Psi}$) sont reliées à l'angle de diffraction θ_{hkl} par :

$$\epsilon_{\phi\Psi} = \Delta d_{hkl} / d_{hkl} = -\cotg \theta_{hkl} \cdot (\Delta \theta_{hkl}) \quad (\text{II.2})$$

où Ψ (Cf. figure II.1) est l'orientation des plans cristallographiques par rapport à la surface de l'échantillon, $\epsilon_{\phi\Psi}$ est la déformation déterminée par diffraction des X, elle représente la projection du tenseur de déformation sur la direction normale de mesure, figure II.1.

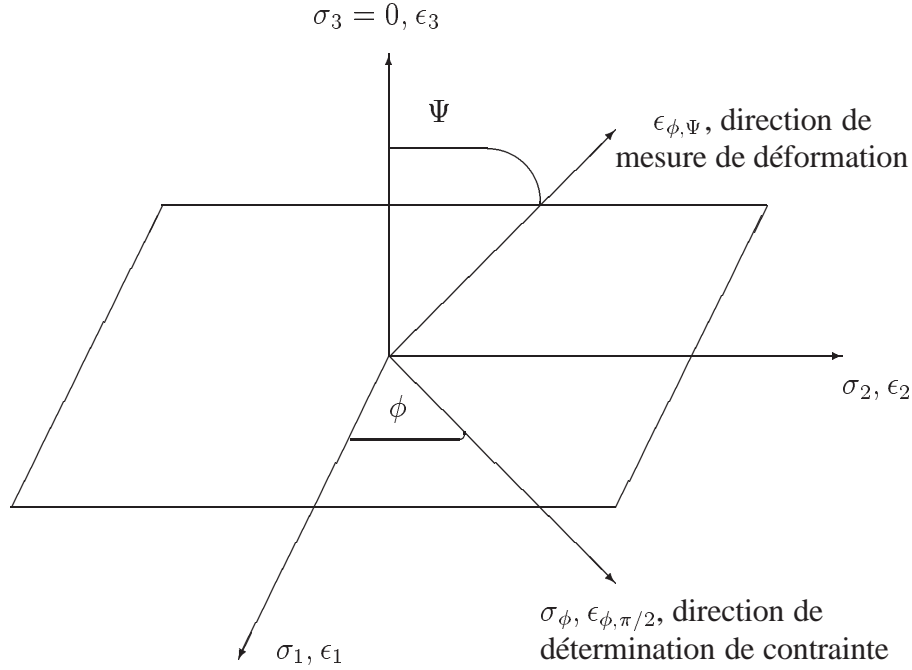


FIG. II.1 – Définition du repère de mesure

Si une contrainte uni-axiale est appliquée au matériau dans la direction n_1 du repère de mesure (n_1, n_2, n_3) , le tenseur de déformation est déterminé par :

$$\epsilon_{11} = \frac{1}{E}\sigma_{11}, \epsilon_{22} = -\frac{\nu}{E}\sigma_{11}, \epsilon_{33} = -\frac{\nu}{E}\sigma_{11} \quad (\text{II.3})$$

où E et ν sont le module de Young et le coefficient de Poisson du matériau étudié. La déformation mesurée par diffraction des X, ϵ_Ψ s'obtient par la projection du tenseur $\epsilon(\epsilon_{11}, \epsilon_{22}, \epsilon_{33})$ sur la direction $n(\sin \Psi, 0, \cos \Psi)$:

$$\epsilon_\Psi = n \cdot \epsilon \cdot n^t = \sin^2 \Psi \cdot \epsilon_{11} + \cos^2 \Psi \cdot \epsilon_{33} \quad (\text{II.4})$$

En combinant les équations II.3 à l'équation II.4, on obtient :

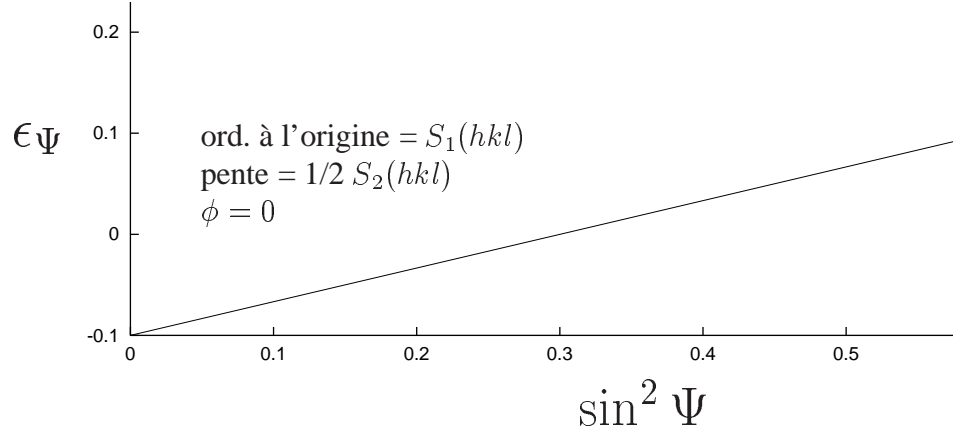
$$\epsilon_\Psi = \frac{1 + \nu(hkl)}{E(hkl)} \cdot \sigma_{11} \cdot \sin^2 \Psi - \frac{\nu(hkl)}{E(hkl)} \sigma_{11} \quad (\text{II.5})$$

D'après l'équation II.5, l'évolution de la déformation mesurée par diffraction des rayons X est une fonction linéaire de $\sin^2 \Psi$, si l'on note $1/2 S_2(hkl) = (1 + \nu(hkl))/E(hkl)$ et $S_1(hkl) = -\nu(hkl)/E(hkl)$, l'équation II.5 devient :

$$\epsilon_\Psi = \frac{1}{2} S_2(hkl) \cdot \sigma_{11} \cdot \sin^2 \Psi + S_1(hkl) \cdot \sigma_{11} \quad (\text{II.6})$$

Cette équation est connue sous le nom de loi des $\sin^2 \Psi$, elle donne le nom à la technique de mesure " méthode des $\sin^2 \Psi$ ". En effet, il suffit d'imposer une contrainte connue à l'échantillon étudié et de mesurer la déformation ϵ_Ψ en fonction de $\sin^2 \Psi$. La pente est proportionnelle

à $1/2S_2(hkl)$ et l'ordonnée à l'origine est proportionnelle à $S_1(hkl)$, figure II.2. On peut alors déterminer les **constantes d'élasticité radio-cristallographiques** $S_1(hkl)$ et $1/2S_2(hkl)$ qui caractérisent les propriétés du matériau ($E(hkl)$ et $\nu(hkl)$) et qui dépendent du plan cristallin (hkl) sur lequel on effectue la mesure. Dans la pratique, on fait une série de mesures avec plusieurs chargements afin de mieux lisser les courbes expérimentales et d'augmenter les précisions.


 FIG. II.2 – Loi de $\sin^2 \Psi$

Or l'échelle moyenne de mesure est limitée par la pénétration des rayons X, cette échelle cristallographique (microscopique) varie de quelques nanomètres à quelques micromètres, ce qui correspond à l'échelle d'observation microscopique du dépôt de cuivre, c'est à dire la taille d'une lamelle. C'est sur ce point que les mesures de propriétés élastiques par diffraction X diffèrent des mesures macroscopiques telle que les mesures de traction ou de flexion, qui supposent que les matériaux de mesure sont homogènes. Pour obtenir les propriétés élastiques à l'échelle macroscopique, il est nécessaire d'utiliser un modèle de couplage. L'utilisation de ces modèles implique une extrapolation des propriétés mesurés à l'échelle d'une lamelle aux propriétés globales, par conséquent, c'est une hypothèse forte, qui peut être, dans certains cas, assez éloignée de la réalité. Parmi de nombreux modèles, on utilise le modèle de Reuss qui suppose l'homogénéité des contraintes dans le matériau [Reuss 1929] (ce qui est différent de l'hypothèse de l'homogénéité des matériaux !) Les constantes d'élasticité à l'échelle macroscopique S_1 et $1/2S_2$ peuvent être déduites des constantes d'élasticité à l'échelle microscopique $S_1(hkl)$ et $1/2S_2(hkl)$ par :

$$\frac{1}{2}S_2(hkl) = \frac{1}{2}S_2[1 + 3(0, 2 - \Gamma(hkl))\Delta]$$

$$S_1(hkl) = S_1 - \frac{1}{2}[0, 2 - \Gamma(hkl)]\Delta$$

$$\Gamma(hkl) = \frac{h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2}{h^2 + k^2 + l^2}$$

$$\Delta = \frac{5(A_{RX} - 1)}{3 + 2A_{RX}}$$

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \text{ et } 1/2S_2 = \frac{(1 + \nu)}{E}$$

A_{RX} est le facteur d'anisotropie radio-cristallographique défini par :

$$A_{RX} = \frac{\frac{1}{2}S_2(h00)}{\frac{1}{2}S_2(hhh)}$$

Pour le cuivre, $A_{RX} = 1,79$. Le plans cristallin choisi est (311), donc $\Gamma(311) = 0,157$. On peut ainsi déduire les propriétés macroscopiques E et ν du matériau étudié.

II.1.2 Mise en œuvre des mesures

On utilise les diffractomètres de laboratoire. Dans un diffractomètre, l'échantillon est plan. La source de rayons X est fixe et placée sur le cercle du diffractomètre, figure II.3. Le diffractomètre est équipé d'un détecteur à localisation linéaire Elphyse et selon la norme AFNOR XP A 09-285 [8]. Ce détecteur a une fenêtre horizontale d'environ 5 cm et il permet de localiser les photons X dans une angle de 12° sur un diffractomètre de rayon 250 mm. Sa résolution est de $0,02^\circ$. Il est couplé à un analyseur multi-canaux, à un système de visualisation et à un ordinateur qui permet de traiter instantanément les pics de diffraction enregistrés.

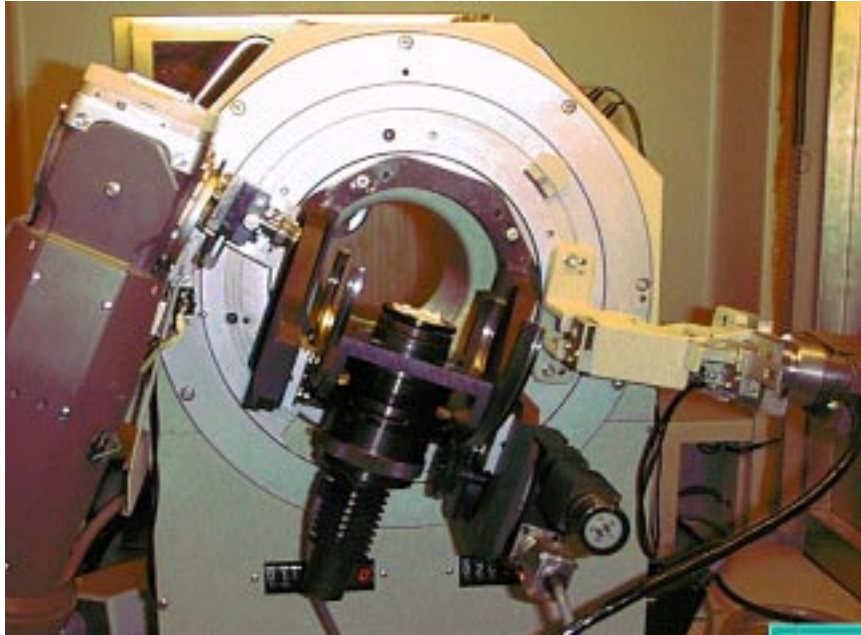


FIG. II.3 – *Diffractomètre*

Le plan de référence de l'échantillon passe par l'axe du diffractomètre et tourne à une vitesse ω . La fente du détecteur est placée sur le cercle du diffractomètre et tourne à une vitesse 2ω . Après réglage d'origine, lorsque l'échantillon fait un angle θ avec le faisceau incident, la fente du détecteur se trouve en 2θ , on réalise ainsi à tout moment la condition de Bragg.

En pratique, un diffractomètre est composé d'un goniomètre permettant 4 mouvements possibles :

- θ de l'échantillon

- 2θ de détecteur
- ϕ de l'échantillon
- Ψ de l'échantillon

La mise en œuvre de la mesure nécessite de choisir d'abord la longueur d'onde du faisceau incident, puis les plans cristallins du matériau étudié

On utilise un rayonnement de longueur d'onde suffisante pour ne pas exciter la fluorescence du matériau qui introduit un fond parasite prohibitif. La plupart des applications de la diffraction X utilisent la radiation monochromatique du chrome K_α qui est la plus intense, sa longueur d'onde est de 0,21 nm. Pour d'obtenir le maximum de sensibilité, on doit choisir des plans cristallins qui correspondent à une diffraction aux grands angles. Par exemple, dans notre application, pour le cuivre, on utilise le plan (311) qui correspond, pour la radiation K_α , à un angle 2θ de 150° et pour le niobium, on utilise le plan (220), l'angle de Bragg 2θ correspondant est de 128° . On interpose également un filtre en chrome pour éliminer la composante K_β du rayonnement de fluorescence.

II.1.3 Préparation de l'échantillon

Les échantillons de mesure utilisés sur un diffractomètre sont plans tandis que le revêtement sur les cavités supraconductrices sont réalisés d'une manière axisymétrique, figure II.4. Pour préserver la représentabilité des mesures sur échantillon plan par rapport au revêtement réel, les échantillons plans sont fixés sur un support octogonal pendant la projection thermique, figure II.4.



FIG. II.4 – Réalisation de revêtement par projection thermique

Après la projection, les échantillons ont été usinés par une fraiseuse, le substrat a été ensuite enlevé également par la fraiseuse.

II.1.4 Résultats de mesures par diffraction des rayons X

Selon la méthode des $\sin^2 \Psi$, on trace d'abord la déformation mesurée en fonction de $\sin^2 \Psi$.

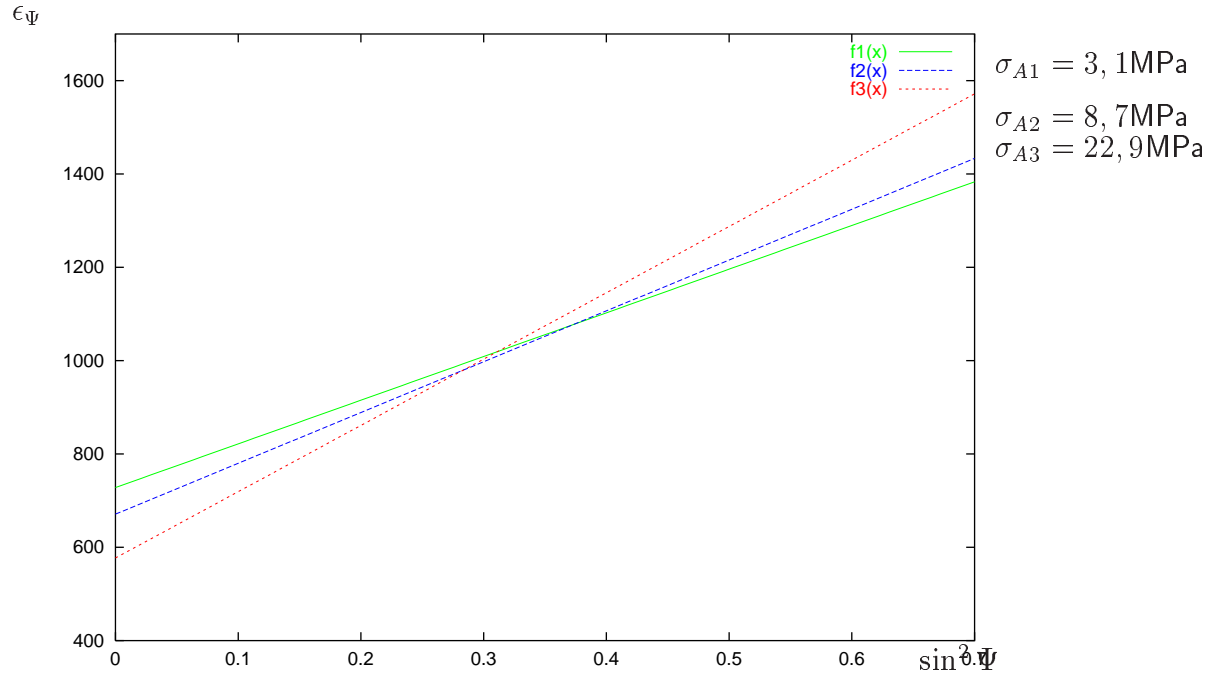


FIG. II.5 – $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$ obtenu à partir d'un échantillon Cu HVOF

penne de $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$

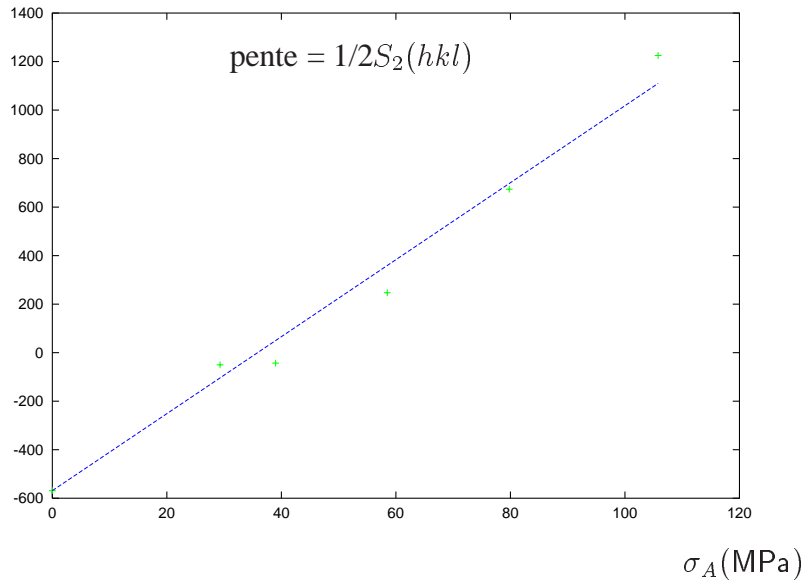


FIG. II.6 – penne de la courbe $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$ en fonction de contrainte appliquée

Les valeurs de ϵ_Ψ en fonction des contraintes appliquées σ_A mesurées sur un échantillon de

cuivre HVOF sont présentées en figure II.5. Les contraintes uni-axiales ont été appliquées dans le sens longitudinal de l'éprouvette, on pourrait facilement voir l'effet d'anisotropie dans le plan d'éprouvette en changeant le sens d'usinage, mais faute d'un nombre suffisant d'éprouvettes, cet essai n'a pas eu lieu. Mais il reste difficile de voir l'effet d'anisotropie, dans l'épaisseur de dépôt, car l'épaisseur de dépôt ne dépasse pas 3 mm, il est difficile d'appliquer une contrainte dans ce sens.

On trace ensuite la pente de la courbe $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$ en fonction des contraintes appliquées σ_{11} , figure II.6, et l'ordonnée à l'origine en fonction de des contraintes appliquées σ_{11} , figure II.7 pour le même échantillon.

ordonnée de $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$

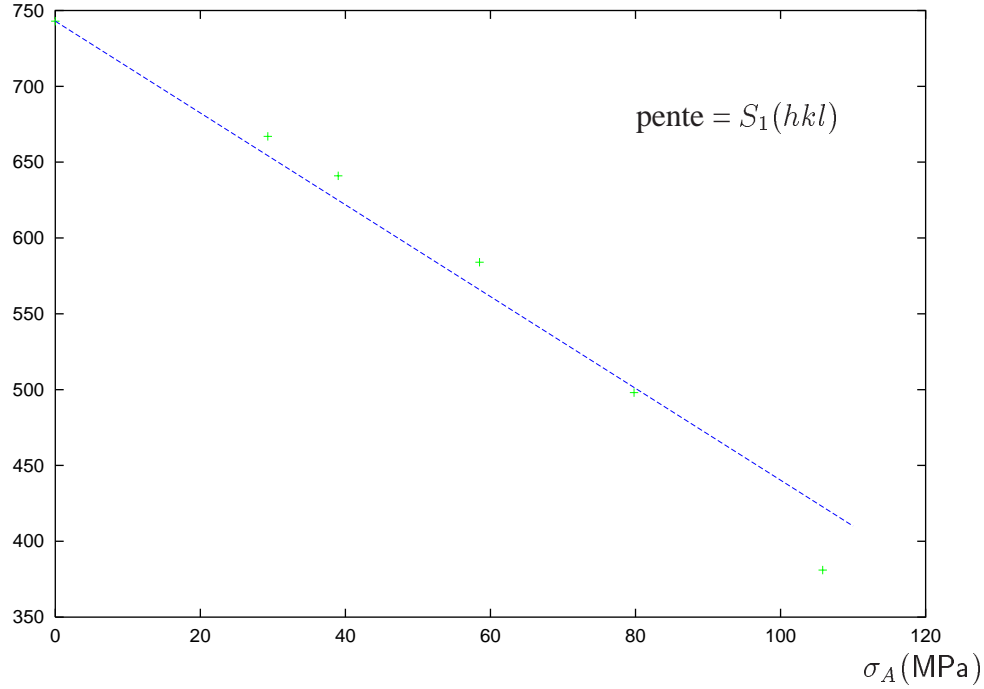


FIG. II.7 – ordonnée de la courbe $\epsilon_\Psi = f(\sin^2 \Psi)$ en fonction de σ_A

On en déduit d'abord les constantes d'élasticité cristallographiques à l'échelle microscopique $S_1(hkl)$ et $1/2S_2(hkl)$, puis en appliquant le modèle Reuss, les propriétés d'élasticité macroscopique E et ν . Ces valeurs issues de mesures sont comparées aux propriétés du cuivre forgé dans le tableau suivant. Faute d'un nombre suffisant d'échantillons, les mesures dans les autres directions n'ont pas été réalisées, les propriétés globales sont déduites des mesures faites dans une seule

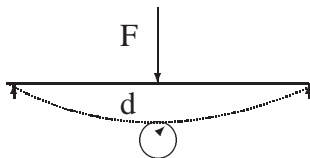
direction.

	revêtement de Cu APS	revêtement de Cu HVOF	Cuivre forgé
$S_1(311)(\text{MPa})$	$-4,41 \times 10^{-6}$	$-3,0825 \times 10^{-6}$	$-2,615 \times 10^{-6}$
$1/2 S_2(311)(\text{MPa})$	$19,137 \times 10^{-6}$	$13,33 \times 10^{-6}$	$10,37 \times 10^{-6}$
$E(311)$	68	97,6	
$\nu(311)$	0,3	0,3	
$E(\text{GPa})$	72,41	104,1	125
ν	0,286	0,288	0,34

II.2 Module d'Young mesuré par flexion à trois points

Le dispositif d'essai de flexion se compose d'un poinçon de chargement vertical au milieu de l'éprouvette horizontale, l'effort est actionné par un moteur contrôlé par un PC. Deux appuis sont disposés aux extrémités de l'éprouvette, figure II.8. L'éprouvette est à section rectangulaire. Un capteur de déplacement permet d'indiquer la valeur de la flèche maximale d sous chargement F . En désignant L comme la longueur utile de l'éprouvette, b sa largeur et e son épaisseur, le module de Young E peut être déduit de la courbe de mesure $d = f(F)$:

$$E = \frac{FL^3}{4dbe^3}$$



F : force appliquée
 d : flèche maximale



FIG. II.8 – Mesure de flexion à trois points

Un exemple de courbe de mesure de la flèche maximale d en fonction de chargement F est présenté en figure II.9. Vingt mesures ont été effectuées pour vingt chargements appliqués, la

force est incrémentée de 20N au fur et à mesure, après chaque chargement et la mesure de la flèche, le déplacement de la poutre au repos a été également mesuré, ce déplacement résiduel au repos en fonction du chargement est également présenté en figure II.9, on constate qu'une déformation rémanente croissante apparaît, elle devient significative ($> 12\%$) après un chargement de 99N. Si l'on considère que l'on reste dans le domaine élastique jusqu'à $F = 99\text{N}$ de chargement, la flèche mesurée, déduite de la flèche au repos, est de $d = 0,233\text{mm}$, l'échantillon utilisé est de forme rectangulaire de longueur $L = 50\text{mm}$, de largeur $b = 9,86\text{mm}$ et d'épaisseur de $e = 2,53\text{mm}$. on en déduit, par la formule $E = \frac{FL^3}{4dbe^3}$, un module de Young E de 82GPa .

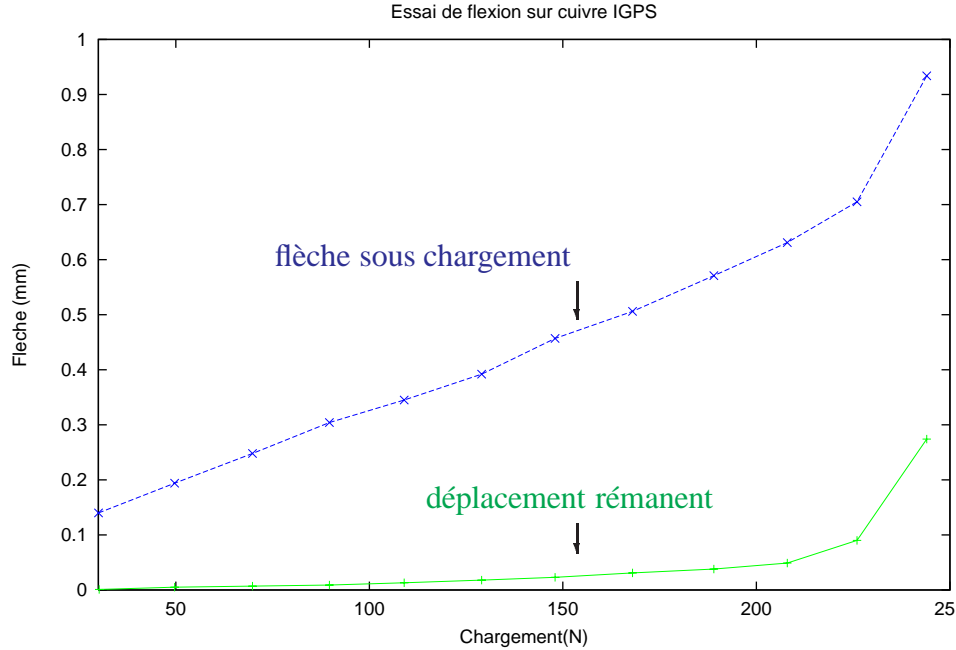


FIG. II.9 – Mesure de flexion sur l'échantillon Cu IPS

Les module d'Young mesurés par flexion pour différents types de dépôt sont présenté au tableau II.1.

On peut comparer les module d'Young mesurés par flexion pour les dépôts Cu APS et Cu HVOF aux résultats obtenus par diffraction X, on constate que pour le dépôt Cu APS, les deux méthodes donnent le même résultat, par contre, le module d'Young du Cu HVOF mesuré par la flexion est inférieur à celui mesuré par diffraction X. Cette différence illustre qu'il est délicat de caractériser ce matériau très spécial qu'est le dépôt de projection thermique, à cause de sa structure. L'analyse micrographique montre une structure inhomogène et anisotropique pour les dépôts Cu APS et Cu HVOF. Dans le cas de flexion, la sollicitation est appliquée dans le sens

Cu APS(Évry)	Cu HVOF	Cu IPS(Évry)	Cu APS(Mallard)
72GPa	70GPa	82GPa	25GPa

TAB. II.1 – Module d'Young mesurés par flexion

perpendiculaire au plan d'échantillon, tandis que dans le cas de mesure par diffraction X, la sollicitation est dans le plan d'échantillon, ce qui explique en partie pourquoi les résultats obtenus par ces deux expériences peuvent être différents. D'autre part, les dépôts APS et HVOF incluent des traces d'oxydes empilées dans l'épaisseur de dépôt, on se rappelle que les mesures par diffraction X ont été effectuées sur une zone de la taille d'une lamelle, les propriétés macroscopiques ont été déduites de ces mesures locales, sans tenir compte de la présence d'oxyde entre les lamellaires. Dans le cas de la flexion, la mesure est globale, supposant que le matériau est homogène et isotrope, ces différences entre deux approches de mesure peuvent donc conduire à des résultats un peu différents.

II.3 Porosité et module d'Young

Deux techniques de mesure de porosité sont les plus utilisées : l'analyse d'images à partir d'une coupe des matériaux ; la détermination de la densité par poussée hydrostatique.

Dans nos applications, les mesures de porosité ont été déterminés essentiellement par la méthode d'analyse d'images, un type d'échantillon (Cu IPS(Évry)) a été aussi mesuré par triple pesée. Au total, cinq types de dépôts de cuivre ont été examinés. le tableau suivant donne le taux de porosité de chaque type de dépôt de cuivre et le module de Young correspondant :

	taux de porosité	module de Young(GPa)
dépôt de Cu APS(laboratoire)	7%	72
dépôt de Cu HVOF	2,8%	104
dépôt de Cu APS(industriel)	28%	25
dépôt de Cu VPS	0,5%	120
dépôt de Cu IPS	8%	82

Il faut préciser que les taux de porosité concernant le dépôt Cu VPS et Cu HVOF ont été réalisés par LEMRPS (Laboratoire d'Études et de Recherches sur les Matériaux et les Propriétés de Surface), alors que les taux de porosité des deux dépôts Cu APS ont été déterminés par le centre des matériaux de l'École des Mines de Paris. La comparaison entre les résultats obtenus par des mesures d'origines différentes peut être délicate. Cependant, si l'on trace le module de Young des trois types de dépôt en fonction de leurs porosités, figure II.10, on peut filtrer les points de mesure par la loi de Spriggs, le module de Young suit bien une loi de décroissance exponentielle $E = E_0 \exp(-bp)$, avec $E_0 = 125\text{GPa}$, $b = 6,56$. L'écart maximal entre les points de mesure et la courbe théorique ne dépasse pas 10%.

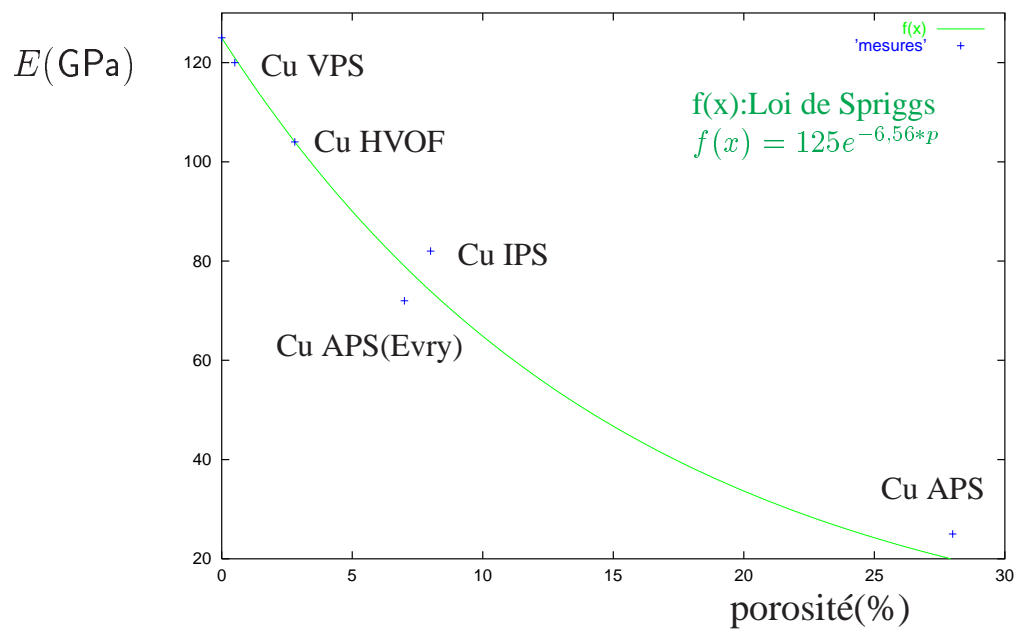


FIG. II.10 – Module de Young et la porosité

III. Résistance en traction des dépôts de cuivre

L'objectif de rigidifier les cavités supraconductrices a conduit à l'idée de déposer un revêtement de cuivre à l'extérieur de la paroi supraconductrice en niobium. Mais cette conception a d'autres conséquences que l'effet positif que l'on a souhaité. Le fait que la cavité soit rigidifiée par le revêtement de cuivre rend l'opération d'accord en fréquence plus difficile. L'opération d'accord en fréquence est destinée à corriger la variation de longueur d'une cavité lors de la mise à froid. Les cavités supraconductrices sont fabriquées à chaud (température ambiante) mais fonctionnent à froid (température d'hélium liquide), les cavités supraconductrices se rétrécissent lors de mise à froid si elles sont libres, et leurs fréquences de fonctionnement ne sont plus égales aux valeurs souhaitées par la physique des accélérateurs. Dans la pratique, on utilise un système d'accord qui permet de corriger la longueur des cavités pour assurer la bonne fréquence de fonctionnement. On exerce, lors de l'accord en fréquence, des efforts de traction très importants sur la structure de cavité, la résistance en traction du dépôt constitue donc une caractéristique très importante.

Pour avoir une idée précise du comportement en traction des dépôts de cuivre réalisés par projection thermique, une série de mesures a été élaborée sur quatre types de dépôts de cuivre.

En théorie, l'essai de traction consiste à exercer, sur une éprouvette, des forces croissantes qui vont la déformer progressivement puis la rompre. On peut ainsi obtenir les caractéristiques du comportement global de l'échantillon : le module d'élasticité ou le module d'Young, le coefficient de Poisson, la limite élastique, la charge à la rupture et la valeur d'allongement correspondant. Mais l'essai de traction n'est pas assez précis en général pour la mesure du module d'Young, car de petites déformations parasites diminuent la valeur de la pente à l'origine (module d'Young), de plus, les écarts à la loi de proportionnalité peuvent venir de contraintes résiduelles qui résultent du processus de projection thermique, [10]. Dans notre contexte, l'objectif principal de mesures de traction est d'obtenir la charge à la rupture et la valeur d'allongement correspondant.

III.1 Dispositif de mesure

En pratique, un système de mâchoires mobiles impose une déformation croissante à l'éprouvette et un système dynamométrique mesure la force nécessaire. L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un extensomètre, figure III.1.



a) Machine de traction



b) Éprouvette arrondie



c) Éprouvette rectangulaire



d) Éprouvette brisée

FIG. III.1 – Essai de traction

III.2 Observations

D'après les premières observations, les dépôts de cuivre sont très fragiles, souvent les éprouvettes se cassent dans les mâchoires de la machine de traction (figure III.1 d), sans chargement, lors de serrage, ou avec chargement. Les résultats obtenus dans une telle circonstance sont plus dispersés et plus difficile à interpréter. Évidemment, l'alignement de l'éprouvette y contribue beaucoup, par le manque de dispositif d'auto-alignement, la brisure de l'éprouvette dans la mâchoire arrive d'une manière aléatoire, et malheureusement assez souvent pour ces dépôts de cuivre. Mais certains essais se sont déroulés plus correctement, on a évité la brisure de l'éprouvette dans les mâchoires (figure III.1 c), les résultats de ces essais sont plus significatifs, c'est pourquoi, les résultats donnés dans le paragraphe suivant sont tirés essentiellement de ces essais.

Deux autres éléments conditionnent les résultats de mesures, d'abord, la cellule de charge détermine la précision de mesure. Les premiers essais ont été effectués avec une cellule de force de 150KN pleine échelle, la machine de traction ne disposait que de cette cellule, la précision est de 0,01%, soit 15N, alors que la force nécessaire au début d'essai pour attraper les jeux est de l'ordre de 400N, la précision n'est pas suffisante pour la détermination de la pente à l'origine, à l'occurrence le module d'Young. Cette cellule a été utilisée pour les échantillons de cuivre APS

et HVOF. Une cellule de charge de 10KN a été acquise plus tard, l'incertitude pour les petits chargements est 15 fois plus faible : 1N. Ensuite, on a constaté qu'un autre élément joue un rôle important dans cette expérience : l'usinage de l'éprouvette, l'éprouvette standard utilisée dans les essais de traction comporte une zone arrondie (voir figure III.1b), les premières éprouvettes (Cu APS et Cu HVOF) ont été usiné selon cette forme, on a remarqué qu'aucune rupture de ces éprouvettes n'a eu lieu dans la zone centrale de l'éprouvette, mais dans la zone arrondie, alors que la rupture correcte pour cette mesure devait avoir lieu dans la zone centrale de l'éprouvette. On en conclut que l'usinage de la zone arrondie a dû fragiliser l'échantillon, les mesures n'ont pas été effectuées dans de bonne condition, par conséquent, les résultats de mesures sur ce type d'échantillon ne sont pas représentatifs. D'après les renseignements que l'on a tiré de ces premiers essais, d'autres échantillons sous forme rectangulaire sans arrondi, ont été testés .

III.3 Résultats de mesures

Compte tenu des difficultés de montage et du coût de réalisation des échantillons, l'éprouvette rectangulaire Cu HVOF a une zone utile de 50 mm de long et une section transversale de $S=10 \text{ mm} \times 2,75 \text{ mm} = 27,5 \text{ mm}^2$. L'éprouvette rectangulaire Cu APS a une zone utile de 25 mm de long et une section transversale de $S=10 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} = 20 \text{ mm}^2$. L'éprouvette rectangulaire Cu IPS a une zone utile de 70 mm de long et une section transversale de $S=28,3 \text{ mm} \times 2,6 \text{ mm} = 73,58 \text{ mm}^2$.

La courbe de traction, obtenue à partir d'un échantillon rectangulaire, pour un dépôt Cu IPS, est présentée en figure III.2, la vitesse de traction utilisée est de 0,5 mm/min, la rupture a eu lieu dans la zone centrale, fig. III.1 c).

L'expérience a montré que tous les dépôts de cuivre testés sont extrêmement fragiles, l'allongement maximal ne dépasse 0,28%, alors qu'il devait être de plus de 40% pour un cuivre classique. L'oxydation des dépôts est une cause essentielle de cette dégradation, la forte oxydation du matériau (autour de 12%) l'a rendu très dur mais aussi très peu ductile. La dureté de ces dépôts est 20% supérieure à un cuivre massif. Cependant, dans le cas de cuivre IPS, le dépôt de cuivre est peu oxydé, mais il reste peu ductile (allongement maximal 0,2%). Le module de Young obtenu par la traction est très proche de sa valeur obtenue par flexion.

On a remarqué qu'au cours de cet essai, la précision au début de chaque courbe n'est pas assez bonne, le module d'Young correspondant à la pente à zéro est approximativement 60GPa, inférieure à la valeur mesurée par diffractomètre. En revanche, la contrainte maximale à la rupture obtenue est de 152MPa pour dépôt Cu HVOF et de 150MPa pour dépôt Cu APS, ces valeurs ne sont pas très loin de la contrainte de rupture du cuivre laminé (200MPa). L'échantillon Cu IPS a été mesuré avec la petite cellule de force, le tableau III.1 récapitule les différentes valeurs de mesure.

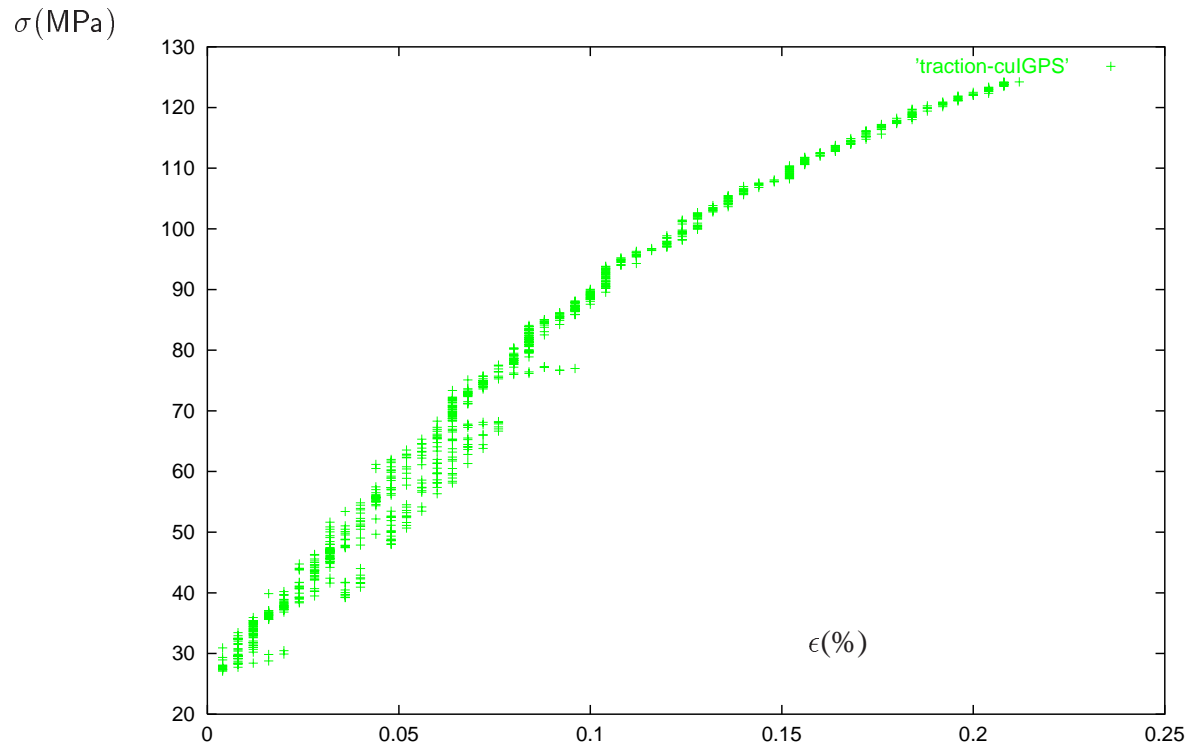


FIG. III.2 – Courbe de traction du dépôt Cu IPS

Dépôts s	UTS(MPa)(295K)	maximum élongation(%)	Young(GPa)
APS(Mines)	150	0, 18	60
HVOF	152	0, 28	60
IPS(Mines)	124	0, 21	75

TAB. III.1 – Résultats de mesures par traction

IV. Adhérence niobium - cuivre

L'adhérence entre le dépôt et le substrat est une caractéristique essentielle d'une pièce revêtue. Tout décollement de dépôt est nuisible au bon fonctionnement de la pièce. Un premier mesure d'adhérence a été élaboré suivant la norme standard ASTM 633-79, l'échantillon est un pion revêtu de 25 mm de diamètre. Chaque face du pion est collée sur un contre pion cylindrique, cet ensemble, représenté en figure IV.1, est soumis aux efforts de traction.

Le point le plus délicat de cette expérience est de trouver une colle adéquate. En effet, la plupart des colles peuvent pénétrer dans le dépôt qui est un matériau poreux. De plus, les colles courantes ont une force de collage inférieure à 20MPa, alors que l'adhérence entre le dépôt métallique et le substrat métallique peut atteindre plus de 100MPa. La colle spécialement mise au point pour les dépôts plasma est un adhésif en film appelé FM 1000, c'est un mélange de résines polyamide et époxy dans un agent liant. D'une part, cette colle ne pénètre pratiquement pas dans le dépôt, d'autre part, une fois polymérisée, elle présente une résistance en traction supérieure à 80MPa, ce qui est suffisamment résistant pour tester la majorité des revêtement plasma.

IV.1 Élaboration de l'essai de traction

L'épaisseur des dépôts plasma est au maximum de quelques millimètres, les mors de la machine de traction ne peuvent pas saisir directement l'échantillon. Les pièces intermédiaires sont donc nécessaires. Ces pièces sont, d'abord, les contre-pions cylindriques sur lesquels seront collés les pions, ensuite, pour assurer le bon alignement entre le mors du bas et celui du haut, chaque contre-pion cylindrique est relié à une rotule avec un support d'articulation à fourche. Les mors de la machine de traction viennent se serrer sur le manche de la fourche, figure IV.1.

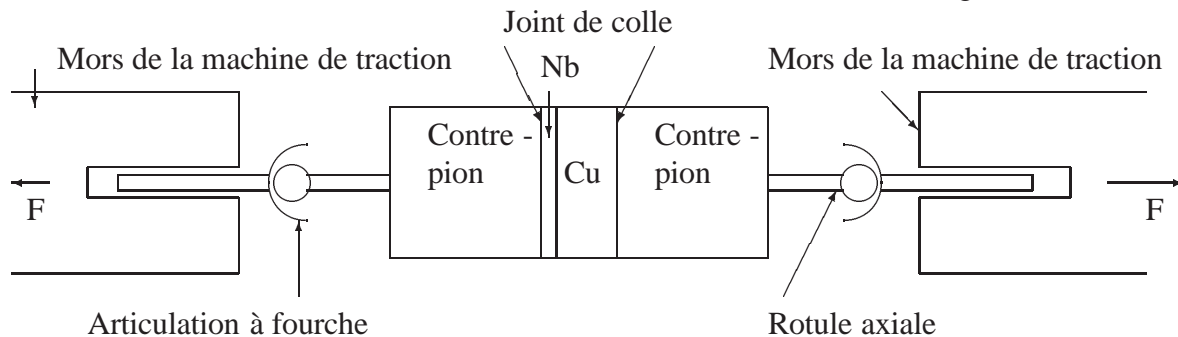


FIG. IV.1 – Montage sur la machine de traction de l'éprouvette

Les pions à tester ont été découpés dans une plaque niobium revêtue de cuivre, cette plaque a été fixée sur un octogone. Lors de réalisation du dépôt, l'octogone était en rotation, tandis que la torche plasma se déplaçait verticalement. Il s'agit donc de tester la force d'adhérence dans le sens de projection.

IV.2 Collage des pions

La colle FM 1000 a été prédécoupée en disques de diamètre 25 mm. On insère un disque de colle entre une face de pion et un contre-pion, puis l'ensemble est monté sur un banc de collage. Le banc de collage comporte, d'un côté, un ressort de pression, de l'autre côté, une butée, figure IV.2. La pièce soumise aux pressions est étuvée pendant une heure à 175 ° C.

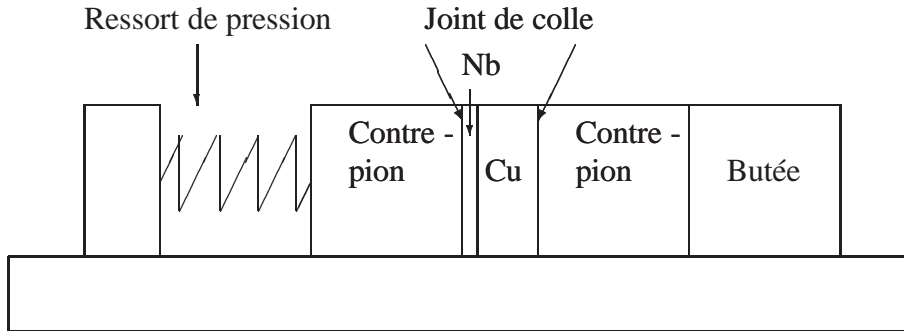


FIG. IV.2 – Banc de collage

IV.3 Essai de traction

Lorsque les mors de la machine de traction tirent suffisamment fort sur les contre - pions, il peut avoir quatre types de ruptures :

- Rupture entièrement dans l'interface dépôt–substrat. Dans ce cas, l'adhérence est caractérisé par " le coefficient d'adhérence " défini par : $\sigma_t = \frac{F}{S}$, où F est la force à la rupture, S est la surface du pion
- Rupture entièrement dans le dépôt. Dans ce cas, on peut toujours calculer σ_t , sa valeur représente la force de cohésion entre molécule dans le dépôt.
- Rupture à l'interface colle - pion. Dans ce cas, l'essai est limité par la force de la colle.
- Rupture à la fois dans le dépôt et à l'interface. Dans ce cas, on ne peut pas conclure.

IV.4 Résultats d'expérience

Un premier essai a été réalisé sur un échantillon Cu APS, la colle utilisée était une colle époxy à base de résine éoxyde renforcée (Base DP 410). La rupture a eu lieu entièrement dans l'interface colle – pion. On mesure 10MPa la force de collage, mais on ne peut conclure sur la force d'adhérence entre le dépôt et le substrat.

Un deuxième essai a été effectué sur un échantillon Cu IPS. Le pion est composé d'un substrat d'un millimètre en niobium, revêtu d'un dépôt de cuivre de 2,8 mm, réalisé par le processus IPS (Inert Plasma Spraying), au centre des matériaux de l'École des Mines de Paris. Le pion est collé

Machine de traction	
Cellule de charge	150KN
Vitesse de traverse	0,1mm/min

TAB. IV.1 – Condition de l'essai de traction

sur les contre-pions avec la colle FM 1000. Les conditions de l'essai de traction sont décrites dans le table IV.1.

La rupture est nette, elle est entièrement dans l'interface niobium – cuivre. La courbe de traction est présentée en figure IV.3. On obtient une force d'adhérence de 51,13MPa.

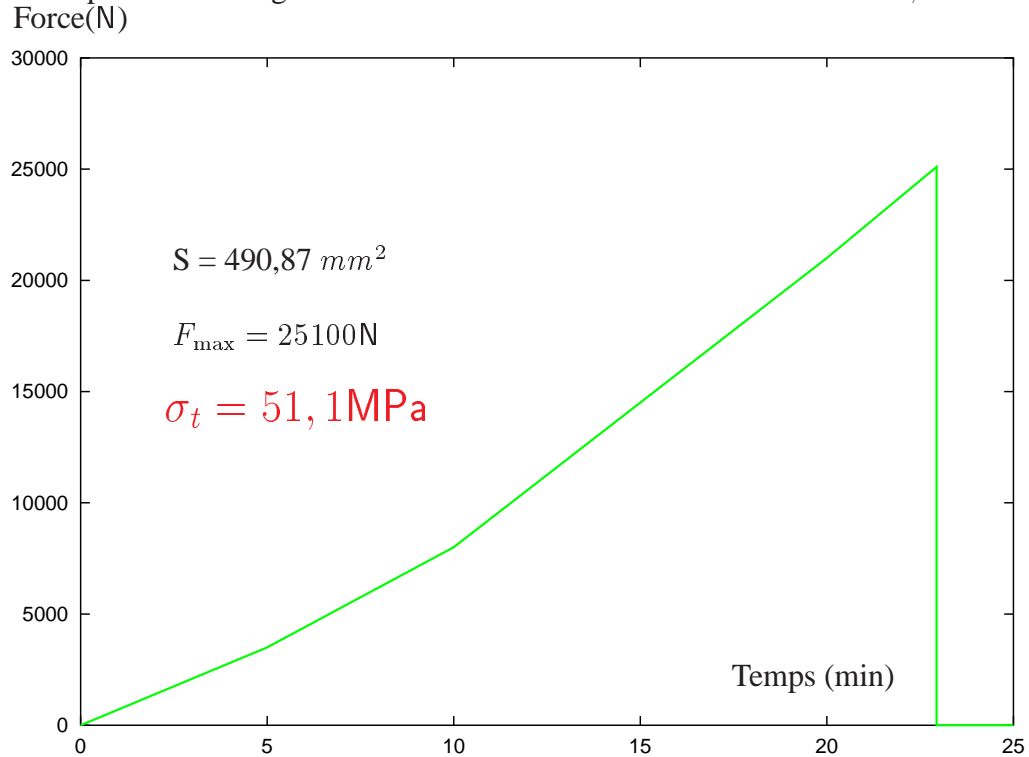


FIG. IV.3 – Courbe de traction

Pour avoir plus de statistiques, quatre échantillons de cuivre IPS ont été testé, le résultat moyen sur l'adhérence est proche de 50MPa. Le collage est très sensible à la température d'étuvage, si cette température est inférieure à 175 °, la colle peut lâcher avant.

Conclusion.

Plusieurs expériences de caractérisation mécanique des matériaux ont été mises en œuvre pour mesurer les propriétés du cuivre de projection thermique, qui peuvent être très différentes de celles du cuivre laminé. La diversité de nature des expériences a permis d'obtenir les propriétés les plus intéressantes de ce matériau qui a une structure très spéciale. Malgré une certaine dispersion, les caractéristiques obtenues par ces expériences fournissent des réponses suffisantes aux attentes initiales, mais au-delà de cet objectif, la confrontation de ces différentes expériences permet de se rendre compte concrètement combien il est délicat de caractériser ce genre de matériau anisotrope et inhomogène. Ces expériences ont donné des indications précises pour optimiser le dépôt de cuivre afin que ses propriétés mécaniques soient les plus proches possible de ce que l'on cherche. Elles ont également fait une lumière sur le choix du processus de projection thermique à utiliser pour rigidifier une cavité supraconductrice en niobium par un revêtement de cuivre : le choix final est le processus IPS, qui permet d'obtenir un dépôt à la fois de bonnes propriétés mécaniques et de bonnes propriétés thermiques. Grâce à ces expériences de caractérisation, on peut utiliser, pour les simulations numériques, des paramètres plus proches de la réalité.

Remerciements

Les remerciements sont adressés particulièrement à monsieur J. Marini pour l'intérêt qu'il a porté aux projections thermiques et les investissements qu'il a accordés pour l'essai de traction. On remercie monsieur J. L. Borne pour la préparation des échantillons en atelier. On remercie également madame N. De Dave pour les analyses des images effectués sur les échantillons Cu IPS et Cu APS, messieurs C. Verdy, C. Coddet et F. Borit pour les projections thermiques.

Bibliographie

- [1] H. GASSOT et al, *Mechanical Stiffening of SRF niobium cavities by thermal sprayed coating* 9th Workshop on RF Superconductivity, 1-5 Nov 1999, Santa Fe, USA
- [2] T. JUNQUERA et al, *Plasma spray coating of niobium superconducting RF cavities* Cryogenic Engineering Conference, July 1999, Montreal, Canada
- [3] H. GASSOT et T. JUNQUERA, *Effets de pression de radiation et méthodes de rigidification des cavités TESLA* IPNO 98-06, IPN Orsay France, Juin 1998
- [4] H. GASSOT, "Analytical predictions of thermal stress in plasma spray coating and in substrate at low temperature compared with strains measurements" Proceedings on International Thermal Spray Conference, -ITSC 2000, Mai 2000, Canada
- [5] P. FAUCHAIS et al, "Diagnostics of thermal spraying plasma jets" Journal of thermal Spray Technology, **1**,(2), pp.117-128
- [6] H. GASSOT et al., *Étude des contraintes thermiques à basse température d'une structure en niobium avec un revêtement de cuivre réalisé par projection thermique* ž, IPNO 9904, IPN Orsay France, avril 1999
- [7] R.M. SPRIGGS "Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide" Journal of the American Ceramic Society-Discussion and Notes, pp.628-629, Oct. 1961
- [8] AFNOR *ń Méthode d'essais pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X* ž AFNOR, **ńXP-A-09-285** (mai 1999)
- [9] M.G. RAO and P. KNEISEL "Thermal and Mechanical Properties of Electron Beam Welded and Heat-Treated Niobium for TESLA" proceedings of the sixth workshop on RF superconductivity, USA, 1993
- [10] H. GASSOT et V. JI *ń Analyse des contraintes résiduelles dans un revêtement de cuivre réalisé par projection thermique sur des cavités supraconductrices en niobium* ž Journal de Physique IV France 2000, éditeur : EDP Sciences

Table des figures

I.1	Observation macroscopique de la structure d'un dépôt plasma	4
I.2	Observation microscopique d'un dépôt de cuivre APS	5
I.3	Observation microscopique d'un dépôt de cuivre HVOF	6
I.4	Observation microscopique d'un dépôt de cuivre VPS	6
I.5	Observation microscopique d'un dépôt de cuivre IPS	7
II.1	Définition du repère de mesure	9
II.2	Loi de $\sin^2 \Psi$	10
II.3	Diffractomètre	11
II.4	Réalisation de revêtement par projection thermique	12
II.5	$\epsilon_{\Psi} = f(\sin^2 \Psi)$ obtenu à partir d'un échantillon Cu HVOF	13
II.6	pente de la courbe $\epsilon_{\Psi} = f(\sin^2 \Psi)$ en fonction de contrainte appliquée	13
II.7	ordonnée de la courbe $\epsilon_{\Psi} = f(\sin^2 \Psi)$ en fonction de σ_A	14
II.8	Mesure de flexion à trois points	15
II.9	Mesure de flexion sur l'échantillon Cu IPS	16
II.10	Module de Young et la porosité	18
III.1	Essai de traction	20
III.2	Courbe de traction du dépôt Cu IPS	22
IV.1	Montage sur la machine de traction de l'éprouvette	23
IV.2	Banc de collage	24
IV.3	Courbe de traction	25